

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-068055

(43)Date of publication of application : 03.03.2000

(51)Int.CI. H05B 33/10
H05B 33/14

(21)Application number : 10-256058

(71)Applicant : TDK CORP

(22)Date of filing : 26.08.1998

(72)Inventor : TANABE HIROSHI
TOKURA TOMOJI
FUKUYU KENGO
HOTTA AKIHIRO
KOISHI MASAAKI
SASAKI TORU

(54) EVAPORATION SOURCE FOR ORGANIC EL ELEMENT, MANUFACTURING DEVICE FOR ORGANIC EL ELEMENT USING THE SAME AND MANUFACTURE THEREOF

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a evaporation source which is stable over a long time using an evaporation source allowing large amount of input of a material, to evenly regulate and hold the thickness and constitution of thin films formed, to cope with evaporation at relatively low temperature and with a substrate having a relatively large area, and to precisely control the mixing ratio and doping amounts at multiple vapor deposition.

SOLUTION: This evaporation source comprises a body, made of an insulating material and a heater formed to make close contact with the outside of the body. Here, when the effective contact area of heated parts directly heated by the heater with an input material being defined as $S \text{ cm}^2$, and volume of the input material being defined as $V \text{ cm}^3$, and an organic EL element is manufactured using the evaporation source for the organic EL element for which $V/S \leq 1 \text{ cm}$. The heated parts are preferably provided to at least the side and the bottom.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of
rejection]

[Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-68055

(P2000-68055A)

(43)公開日 平成12年3月3日 (2000.3.3)

(51)Int.Cl.⁷

H 05 B 33/10
33/14

識別記号

F I

H 05 B 33/10
33/14

テマコト[®](参考)

3 K 0 0 7
A

審査請求 未請求 請求項の数21 F D (全 13 頁)

(21)出願番号 特願平10-256058

(22)出願日 平成10年8月26日 (1998.8.26)

(71)出願人 000003067

ティーディーケイ株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72)発明者 田辺 宏

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ
ーディーケイ株式会社内

(72)発明者 戸倉 智司

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ
ーディーケイ株式会社内

(74)代理人 100082865

弁理士 石井 陽一

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 有機EL素子用蒸発源、この有機EL素子用蒸発源を用いた有機EL素子の製造装置および製造方法

(57)【要約】

【課題】 材料投入量の多い蒸発源を用いて、長時間安定に蒸着することができる、成膜された薄膜の厚みや組成を均一に調整、保持することができる、しかも比較的低い温度の蒸着にも対応可能で、比較的大きな面積の基板にも対応可能であり、多元蒸着時の混合比やドーピング量を高精度に制御可能な有機EL素子の製造装置および製造方法を実現する。

【解決手段】 絶縁材料である本体と、この本体の外部に密着形成されているヒータとを有し、前記ヒータにより直接加熱される加熱部と、投入材料との有効接触面積を $S \text{cm}^2$ とし、投入材料の容量を $V \text{cm}^3$ としたとき、 $V / S \leq 1 \text{cm}$ である有機EL素子用蒸発源を用いて有機EL素子を製造することとした。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 絶縁材料である本体と、この本体の外部に密着形成されているヒータとを有し、

前記ヒータにより直接加熱される加熱部と、投入材料との有効接触面積を $S \text{cm}^2$ とし、投入材料の容量を $V \text{cm}^3$ としたとき、

$$V/S \leq 1 \text{cm}$$

である有機EL素子用蒸発源。

【請求項2】 少なくとも側部および底部に加熱部を有する請求項1の有機EL素子用蒸発源。

【請求項3】 底部に突出した加熱部を有する請求項1または2の有機EL素子用蒸発源。

【請求項4】 開口部上の中心で開口部より L_0 の距離における蒸気密度 m_0 に対する開口部の中心線からの放射角 θ で開口部より距離 L 離れた任意の位置での蒸気密度 m を、

$$m = m_0 \cdot (L_0 / L)^2 \cdot \cos^n \theta$$

で近似したときの値である n 値が6以下である請求項1～3のいずれかの有機EL素子用蒸発源。

【請求項5】 最大蒸発速度が $150 \mu\text{g/sec}$ 以上である請求項1～4のいずれかの有機EL素子用蒸発源。

【請求項6】 前記投入材料の最大容量が、 5cm^3 以上である請求項1～5のいずれかの有機EL素子用蒸発源。

【請求項7】 升華性材料の利用効率が、85%以上である請求項1～6のいずれかの有機EL素子用蒸発源。

【請求項8】 前記蒸発源の本体は、熱伝導率 $50 \text{W/m} \cdot \text{K}$ 以上の絶縁物で形成され、かつその外部にヒーターが密着形成されている請求項1～7のいずれかの有機EL素子用蒸発源。

【請求項9】 前記ヒータの外部は、熱伝導率 $50 \text{W/m} \cdot \text{K}$ 以上の絶縁物で覆われている請求項8の有機EL素子用蒸発源。

【請求項10】 前記蒸発源本体および/またはヒータ外部の絶縁物は、熱分解窒化ホウ素であって、前記ヒータが炭素を含有する請求項8または9の有機EL素子用蒸発源。

【請求項11】 請求項1～9のいずれかの蒸発源と、有機EL素子が形成される基板と、前記基板への蒸着速度を検出する蒸着速度検出手段と、前記蒸発源の制御を行う制御手段とを有し、

前記制御手段は、前記蒸着速度検出手段からの情報により前記蒸発源の制御を行う有機EL素子の製造装置。

【請求項12】 前記制御手段は、蒸着速度が一定となるように制御する請求項11の有機EL素子の製造装置。

【請求項13】 前記制御手段は、蒸発源の温度を制御する請求項11または12の有機EL素子の製造装置。

【請求項14】 前記制御手段は、温度制御を行った後、蒸着速度が一定となるように制御を行う請求項11

～13のいずれかの有機EL素子の製造装置。

【請求項15】 前記蒸発源は、800°C以下の温度で蒸発する有機材料を蒸発させる請求項11～14のいずれかの有機EL素子の製造装置。

【請求項16】 基板上有機EL素子を形成するに際し、

請求項1～10のいずれかの蒸発源を用い、

かつ前記基板への蒸着速度を検出する蒸着速度検出手段からの情報により前記蒸発源の制御を行い有機EL素子の構成膜を成膜する有機EL素子の製造方法。

【請求項17】 前記制御は、蒸着速度を一定とするよう制御する請求項16の有機EL素子の製造方法。

【請求項18】 前記制御は、蒸発源の温度を制御する請求項16または17の有機EL素子の製造方法。

【請求項19】 前記制御は、蒸発源のヒータに加える電流、または電力を制御する請求項16～18のいずれかの有機EL素子の製造方法。

【請求項20】 前記制御は、蒸発源の温度制御を行った後、蒸着速度を一定とする制御を行う請求項16～19のいずれかの有機EL素子の製造装置。

【請求項21】 800°C以下の温度で蒸発する有機材料を蒸着する請求項16～20のいずれかの有機EL素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は有機EL素子の製造装置に関し、詳しくは、加熱により有機EL素子用の有機材料物質を蒸発させ、これを基板上の成膜領域に堆積させることで薄膜を形成する蒸着法を用いた有機EL素子用蒸発源、これを用いた有機EL素子の製造装置および製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 薄膜形成を行う基本技術の一つとして、真空蒸着法が知られている。この真空蒸着法は、真空槽内で蒸発源と成膜用基板を適当に組み合わせて、薄膜を形成するものである。蒸発源を作る手段も様々考えられており、例えば、Appl.Phys.Lett. 68(16), 15 April 1996に記載されているような、比較的電気抵抗の高い金属容器（金属ポート）に電流を流し、その発熱により原料を蒸発させるいわゆる抵抗加熱蒸着法が知られている。また、原料に直接電子ビームやレーザービームを照射し、そのエネルギーで原料を蒸発させるいわゆる電子ビーム・レーザービーム蒸着法等も知られている。中でも抵抗加熱を用いた成膜方法（抵抗加熱蒸着法）は、成膜装置の構成が簡便であり、低価格で良質の薄膜形成を実現できることから広く普及している。

【0003】 抵抗加熱蒸着法は、融点の高いタンゲステン、タンタル、モリブデン等の金属材料を薄板状に加工して、電気抵抗を高くした金属板から原料容器（金属ポート）を作製し、その両端から直流電流を流し、その発

熱を用いて原料を蒸発させ、蒸発ガスを供給している。発散したガスの一部が基板上に堆積し、薄膜が形成される。蒸発原料として使用できるものは、蒸気圧の比較的高いものであれば何でも良いが、原料容器と容易に化学反応するものは避ける必要がある。

【0004】近年、有機EL素子が盛んに研究されている。これは、ホール注入電極上にトリフェニルジアミン(TPD)などのホール輸送材料を蒸着により薄膜とし、さらにアルミキノリノール錯体(A1q₃)などの蛍光物質を発光層として積層し、さらにMgなどの仕事関数の小さな金属電極(電子注入電極)を形成した基本構成を有する素子で、10V前後の電圧で数100から数10000cd/m²ときわめて高い輝度が得られることで注目されている。

【0005】従来より、有機EL素子を応用した製品を製造するに際し、上記のような蒸着法を用いて有機材料による機能性薄膜を形成している。このような量産工程においては、生産性が高く、しかも不良品率をいかに少なくするかも重要な課題である。しかし、従来の蒸着装置を用いた製造装置は、成膜レートが低く、しかも量産工程において有機層が不均一に積層されたり、組成が均一でなかつたりして、大量生産や製品の均一化を図つたり、あるいは高品質の製品を得ることが困難であった。また、電子注入電極等の機能性薄膜を積層する際に有機層にダメージを与えたり、逆に電子注入電極自体に不純物が混入したり、酸化したりして、いわゆる輝度ムラ、ドット欠陥、リーク電流の発生等の不良や品質のバラツキを生じる場合があった。

【0006】直接抵抗加熱が可能な蒸発ポートでは、蒸発レートの制御が容易な反面、材料投入量が少なく、工業レベルでの実用性の点で問題を有していた。

【0007】一方、材料投入量を多くすることのできるセル型蒸発源では、間接加熱であるため熱応答性が悪く、その結果蒸着レートの制御が困難であり、しかも蒸着レートを一定とした場合の材料の利用効率が悪く、特に高価な有機材料等を使用する場合に製品のコスト低減を困難にするという問題を有していた。また、セル型蒸発源を用いて、有機EL素子の有機層等を成膜するような、比較的低い温度での蒸着を行った場合、放熱効率が悪いためさらに熱応答性が悪化するという問題を有していた。

【0008】有機EL素子の発光層は、ホスト物質に、蛍光物質をドーピングし、所望の発光特性に調整するといった手法が一般的に行われている。しかし、このような手法では、混合層であるホスト物質の混合量や、ドーピング量が僅かにずれただけでも発光特性に致命的な影響を与えてしまう。このため、従来の蒸着装置を用いた場合、特に量産時での製品の均一化を図つたり、高品質の素子を得ることが極めて困難であった。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】この発明の目的は、材料投入量の多い蒸発源を用いて、長時間安定に蒸着することが可能で、成膜された薄膜の厚みや組成を均一に調整、保持することが可能で、しかも比較的低い温度の蒸着にも対応可能で、比較的大きな面積の基板にも対応可能な有機EL素子用蒸発源、これを用いた製造装置および製造方法を実現することである。

【0010】また、多元蒸着時の混合比やドーピング量を高精度に制御可能な有機EL素子用蒸発源、これを用いた製造装置および製造方法を実現することである。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記の目的は、以下の(1)～(21)の構成により実現される。

(1) 絶縁材料である本体と、この本体の外部に密着形成されているヒータとを有し、前記ヒータにより直接加熱される加熱部と、投入材料との有効接触面積をScm²とし、投入材料の容量をVcm³としたとき、
V/S≤1cm

である有機EL素子用蒸発源。

(2) 少なくとも側部および底部に加熱部を有する上記(1)の有機EL素子用蒸発源。

(3) 底部に突出した加熱部を有する上記(1)または(2)の有機EL素子用蒸発源。

(4) 開口部上の中心で開口部よりL₀の距離における蒸気密度m₀に対する開口部の中心線からの放射角θで開口部より距離し離れた任意の位置での蒸気密度mを、

$$m = m_0 \cdot (L_0 / L)^2 \cdot \cos^n \theta$$

で近似したときの値であるn値が6以下である上記

(1)～(3)のいずれかの有機EL素子用蒸発源。

(5) 最大蒸発速度が150μg/sec以上である上記(1)～(4)のいずれかの有機EL素子用蒸発源。

(6) 前記投入材料の最大容量が、5cm³以上である上記(1)～(5)のいずれかの有機EL素子用蒸発源。

(7) 昇華性材料の利用効率が、85%以上である上記(1)～(6)のいずれかの有機EL素子用蒸発源。

(8) 前記蒸発源の本体は、熱伝導率50W/m·k以上の絶縁物で形成され、かつその外部にヒーターが密着形成されている上記(1)～(7)のいずれかの有機EL素子用蒸発源。

(9) 前記ヒータの外部は、熱伝導率50W/m·k以上の絶縁物で覆われている上記(8)の有機EL素子用蒸発源。

(10) 前記蒸発源本体および/またはヒータ外部の絶縁物は、熱分解窒化ホウ素であって、前記ヒータが炭素を含有する上記(8)または(9)の有機EL素子用蒸発源。

【0012】(11) 上記(1)～(9)のいずれかの蒸発源と、有機EL素子が形成される基板と、前記基

板への蒸着速度を検出する蒸着速度検出手段と、前記蒸発源の制御を行う制御手段とを有し、前記制御手段は、前記蒸着速度検出手段からの情報により前記蒸発源の制御を行う有機EL素子の製造装置。

(12) 前記制御手段は、蒸着速度が一定となるように制御する上記(11)の有機EL素子の製造装置。

(13) 前記制御手段は、蒸発源の温度を制御する上記(11)または(12)の有機EL素子の製造装置。

(14) 前記制御手段は、温度制御を行った後、蒸着速度が一定となるように制御を行う上記(11)～(13)のいずれかの有機EL素子の製造装置。

(15) 前記蒸発源は、800°C以下の温度で蒸発する有機材料を蒸発させる上記(11)～(14)のいずれかの有機EL素子の製造装置。

(16) 基板上有機EL素子を形成するに際し、上記(1)～(10)のいずれかの蒸発源を用い、かつ前記基板への蒸着速度を検出する蒸着速度検出手段からの情報により前記蒸発源の制御を行い有機EL素子の構成膜を成膜する有機EL素子の製造方法。

(17) 前記制御は、蒸着速度を一定とするように制御する上記(16)の有機EL素子の製造方法。

(18) 前記制御は、蒸発源の温度を制御する上記(16)または(17)の有機EL素子の製造方法。

(19) 前記制御は、蒸発源のヒータに加える電流、または電力を制御する上記(16)～(18)のいずれかの有機EL素子の製造方法。

(20) 前記制御は、蒸発源の温度制御を行った後、蒸着速度を一定とする制御を行う上記(16)～(19)のいずれかの有機EL素子の製造装置。

(21) 800°C以下の温度で蒸発する有機材料を蒸着する上記(16)～(20)のいずれかの有機EL素子の製造方法。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明の有機EL素子用蒸発源は、絶縁材料である本体と、この本体の外部に密着形成されているヒータとを有し、前記ヒータにより直接加熱される加熱部と、投入材料との有効接触面積を $S\text{cm}^2$ とし、投入材料の容量を $V\text{cm}^3$ としたとき、 $V/S \leq 1\text{cm}$ である。

【0014】蒸発源本体を絶縁物とし、かつその外部にヒーターを密着形成することにより、極めて応答性のよい蒸発源とすことができ、蒸着レートの制御に対応することができる。また、前記ヒータにより直接加熱される加熱部と、投入された材料との有効接触面積を $S\text{cm}^2$ とし、投入材料の容量を $V\text{cm}^3$ としたとき、 $V/S \leq 1\text{cm}$ とすることにより、高い蒸着レートで、精度のよい蒸着が可能となり、均一な膜厚、膜組成の薄膜を成膜することができる。

【0015】ヒータにより直接加熱される加熱部とは、外部に形成されたヒータと対応する内側の部分の他、こ

れから 3mm 程度、特に肉厚以下離れた部分も含まれる。投入材料との有効接触面積を $S\text{cm}^2$ とし、投入材料の容量を $V\text{cm}^3$ としたとき、 V/S は 1cm 以下、特に $0.2 \sim 0.9\text{cm}$ 、さらには $0.4 \sim 0.8\text{cm}$ 程度であることが好ましい。投入材料の有効接触面積とは、蒸発源に投入可能な材料の深さに相当する部分での加熱部との接触面積をいう。また、投入材料の容量 $V\text{cm}^3$ は、好ましくは 10cm^3 以上、特に $20 \sim 100\text{cm}^3$ の範囲が好ましい。蒸発源に投入可能な材料の量は、通常、蒸発源自体の容量よりも少なくすることが好ましい。これは、開口部付近での蒸発等による輻射や、固定部材等による熱の拡散により温度低下が生じるため、これを補う分の発熱部を余分に必要とするからである。

【0016】蒸発源本体の熱伝導率は、 $50\text{W/m}\cdot\text{k}$ 以上、好ましくは $75\text{W/m}\cdot\text{k}$ 以上、より好ましくは $100\text{W/m}\cdot\text{k}$ 以上、特に $125\text{W/m}\cdot\text{k}$ 以上である。その上限としては、特に制限されるものではないが、通常、 $300\text{W/m}\cdot\text{k}$ 程度である。このような熱伝導率を有する絶縁物としては、窒化アルミニウム、窒化ホウ素、熱分解窒化ホウ素等が挙げられ、特に熱分解窒化ホウ素(PBN: パイロライティックポロンナイトライド)が好ましい。この熱分解窒化ホウ素は CVD 法等により形成することができる。熱分解窒化ホウ素か否かは、X線回析法(XRD)等による結晶構造の解析から判断することができる。すなわち、熱分解窒化ホウ素系は、XRD からは、六方晶 BN 結晶方位のうちで、主に [002] 面ピークが検出され、その強度は [100]、[101]、[102]、[001] 等の各面よりはるかに大きく、他の六方晶 BN の X 線ピークとは異なっている。また、熱分解窒化ホウ素系は、BN の組成を持つが、この化学量論組成から多少偏倚していてもよい。

【0017】蒸発源本体は、その外部にヒータが密着形成されている。このヒータは、蒸発源本体外部に密着形成されるものであれば特に限定されるものではないが、例えば、グラファイト薄膜を直接蒸発源本体に成膜したり、ポリイミドとステンレス箔を組み合わせたフィルム状のヒータを張り付けたりすればよい。なかでも、グラファイト薄膜を直接成膜したものは熱応答性がよく、好ましい。この場合のグラファイトは熱分解グラファイト(PG)を用いることが好ましい。熱分解グラファイトは CVD 法等により形成することができる。CVD 法を用いることで、蒸着源本体への密着性が向上する。

【0018】外部に密着形成されるヒータは、少なくとも蒸発源の側部および底部に形成され、この部分に加熱部を形成することが好ましい。側部および底部に加熱部を有することにより、より応答性のよい、高速で正確な蒸着が可能となる。また、ヒータは蒸着源の底部に突出した加熱部を有するように形成されていてもよい。この場合、蒸着源本体の形状も、底部、特に底部中央部に中空の突出部を有し、この突出部の外部にヒータが密着形

成されることとなる。なお、側部に形成されるヒータは、通常、上部のフランジが形成される部分の真下から形成される。また、フランジから側部にかけての屈曲部に形成してもよいし、フランジにも形成してよい。加熱部をフランジやその真下の部分にも形成することで、フランジ部分に蒸着物が付着するのを防止できると共に、開口部分の輻射や、固定部材への熱拡散による温度の低下現象を防止することができる。

【0019】ヒータの発熱量としては、蒸発源の大きさや、使用する蒸着材料、蒸着面積等により適宜最適な値に調整すればよいが、通常、投入電力としては50～500W程度である。このときのヒータの単位長さ当たりの抵抗は、通常、3～3000Ω程度である。

【0020】また、ヒータの外側にも熱伝導率50W/m・k以上の絶縁物の層を形成するとよい。これにより、絶縁性が確保されると共に、ヒータからの熱伝導が良好となる。この場合の好ましい材料として、上記材料、特にPBNを挙げることができる。

【0021】蒸着源の大きさとしては、システム全体の規模や、蒸着しようとする基板の大きさ等により適宜最適な大きさに調整すればよいが、円筒形状のるつぼの場合、内径（直径）5～100mm程度、特に20～100mm程度、外径（直径）はこれにフランジの大きさ分の30～70mm、特に40～60mmを加えた程度が好ましい。また、深さは5～200mm、特に5～100mm程度である。その肉厚は、通常、0.3～5.0mm程度であるが、耐破損性、熱伝導性を考慮すると、0.5～2mm程度が好ましい。また、蒸発源内に材料が投入可能な深さと、開口部の面積とは密接な関係を有し、側部および底部に加熱部を有する場合には、開口部面積は10cm²以上、特に20～80cm²程度、材料投入深さは20mm以下、特に5～15mm程度である。また、蒸発源底部に突出した加熱部を有する場合には、開口部面積は5cm²以上、特に8～40cm²程度、材料投入深さは200mm以下、特に20～100mm程度である。

【0022】蒸発源に投入可能な材料の最大容量としては、蒸発源の形状等により異なるが、通常10cm³以上、特に20～100cm³程度である。

【0023】本発明の蒸発源を用いて得られる有機材料の最大蒸発速度は、好ましくは200μg/sec以上、特に250～500μg/secである。

【0024】蒸発源としては、①温度管理を正確に安定して行うことができる。②成膜レートが比較的早く、量産化に対応できること。③大板の基板に対応できるだけの原料を収納できること。④有機EL素子の各材料と容易に化学反応しないこと。⑤原料を所定の蒸気状態に安定して拡散しうること等の条件が要求される。ここで①～④に関しては既に検討した。従って、これらの条件を満足しうるような形状の蒸発源を使用することが好ましい。このような蒸発源として、クヌーセンセル

(Knudsen Cell: 以下Kセルと呼ぶ場合がある)を好ましく挙げることができる。クヌーセンセルは、蒸気噴出口に所定の開口部を有するセルである。開口部の開口径dと厚さtをパラメータとして、噴出口の上に立つ蒸気密度の分布は、ローソクの炎状をなしており、cosnθの形で近似される。ここで、n値とは中心の蒸気密度m₀に対する任意の位置での蒸気密度mを、m=m₀・cosnθで近似したときの値である。d/tが小さくなるにつれてnの値は大きくなり、炎の形は鋭くなる。最極端のt=0の場合、n=1になり、開口部の上に立つ球状の分布になる。これは開放された液面からの蒸発に相当し、ラングミュア (Langmuir) 蒸発と呼ばれる。このような、n値としては、好ましくは6以下、特に3～5である。

【0025】また、前記蒸発源の開口部の中心と、基板の中心とを結ぶ線が、基板面に対して60°以下であって20°以上となる位置、特に60°以下であって30°以上となる位置に配置することが好ましい。このように、基板の斜め方向から蒸着を行うことにより、ステップカバーレージが良好となり、基板（ホール注入電極、逆積層では電子注入電極）上に存在するゴミや突起物等を覆うように有機層が成膜され、リーク電流の発生を防止できる。また、金属薄膜等の電子注入電極や、ITO等のホール注入電極膜物性が良好となる。蒸発源の開口部と前記基板の中心とを結ぶ線が、前記基板面に対して60°を超えると、ステップカバーレージ性が低下し、本発明の効果が得られない。また、基板サイズが大きくなるに従い、膜厚分布を均一にするためには、蒸発源と基板との距離をとる必要があるので、成膜レートが低下してしまう。一方、20°より小さないと、膜厚分布が不均一となり、均一化のためにはその角度の延長線上で基板と装置との距離を離すこととなるので、装置が巨大化して実用的でなくなる。

【0026】なお、基板を水平面に対して傾けてもよく、その場合の基板と蒸発源との角度関係は上記と同様である。また、水平面に対する基板平面の角度は上記範囲内となる角度であれば特に規制されるものではないが、通常0～60°である。また基板は、上記条件を満足するものであれば、静止していても、それ自体が回転していてもよく、回転させることによりステップカバーレージがさらに良好となり、成膜される膜質や膜厚分布もより均一となり好ましい。

【0027】また、基板と蒸発源とが接近しすぎた場合には、基板面全体に均一に蒸着が行われ難くなったり、逆に離れすぎた場合には成膜レートが低くなる傾向にあるため、基板と蒸発源との高さ方向の距離、つまり蒸発源の開口部の中心が存在する水平面と、基板の中心が存在する水平面との最短距離は、好ましくは基板の中央から端部までの距離の1.0～3.0倍、特に1.5～2.5倍の位置に配置する。蒸発源は、上記範囲内であ

れば複数個を、基板中心に対して同心円上に配置してもよい。この場合には、共蒸着を行うこともできる。

【0028】本発明の蒸発源を用いることにより、蒸着材料を効率よく使用することができる。特に昇華性材料を使用した場合、投入材料の量と、成膜可能な材料の量比である材料利用効率が、85%以上、さらには90%以上、特に95%となり、高価な有機材料等を無駄なく効率よく使用でき、製品のコストダウンにも貢献できる。

【0029】本発明の蒸発源は、好ましくは成膜室の室温から遮断されたガス冷却システムを有する。ガス冷却システムにより、冷却効果が向上し、熱の応答速度が上昇するが、特に、有機材料等のような低温での蒸着時に有効である。このような冷却システムは、例えば、ヒータが一体形成された蒸着源本体の外側に所定の間隔を置いて外套を設け、この外套と、蒸着源本体との間に冷却ガスを循環させればよい。なお、外套と、蒸着源本体とはOーリング等を用いて密閉接続することができる。密閉することで、成膜室の真空度が維持される。

【0030】冷却ガスとしては、所定の熱伝導率を有し、セル等との反応性が低く、比較的扱いやすい気体が好ましい。このような冷却ガスの熱伝導率としては、好ましくは0.015W/m·K以上、より好ましくは0.025W/m·K以上、特に0.15W/m·K以上である。このような冷却ガスとしては、He、Ne、Ar等の不活性ガスや、N₂等の反応性の低いガスが挙げられ、これらのなかでも、He、N₂ガスが好ましい。これらは2種以上を混合して用いてもよく、その際の混合比は任意である。

【0031】冷却ガスの流量としては、蒸発源の熱容量や、ヒータの発熱量等により異なるが、通常、50~5000SCCM程度である。流量の制御としては、特に規制されるものではないが、マスフローコントロール方式により制御することが好ましい。フローの向きとしては、通常、上向きである。

【0032】次に、本発明の蒸発源のより具体的な構成を、図を参照しつつ説明する。図1は、本発明の蒸発源の第1の構成例を示した平面図(A)、および断面A-A'矢視図(B)である。図において、蒸発源20は、フランジ21と、側部22と、底部23とを有し、蒸発源本体25の周囲にはヒータ24がPG等を用いて所定のパターンに形成されている。そして、このヒータ24の周囲にも蒸発源本体25と同様の材質により絶縁層26が形成されている。また、ヒータ24は図示例のように蒸発物の再付着防止のためにフランジ21にも形成されている。

【0033】なお、図中、外径をe、内径をd、深さをf、蒸着材料投入深さをgとして表している。

【0034】図2は、本発明の蒸発源の第2の構成例を

示した平面図(A)、および断面B-B'矢視図(B)である。図において、蒸発源30は、フランジ31と、側部32と、底部33と、突出部34とを有し、蒸発源本体35の周囲にはヒータ34がPG等を用いて所定のパターンに形成されている。そして、このヒータ34の周囲にも蒸発源本体35と同様の材質により絶縁層36が形成されている。また、ヒータ34は図示例のように突出部34にも形成されている。

【0035】本発明の有機EL素子の製造装置は、上記蒸発源と、有機EL素子が形成される基板と、前記基板への蒸着速度を検出する蒸着速度検出手段と、前記蒸発源の制御を行う制御手段とを有し、前記制御手段は、前記蒸着速度検出手段からの情報により前記蒸発源の制御を行うものである。

【0036】なお、図中、外径をe、内径をd、深さをf、蒸着材料投入深さをgとして表している。

【0037】蒸着速度検出手段としては、基板上に堆積する蒸着物質の量の時系列変化を検出しうるものであれば特に限定されるものではなく、公知の蒸着速度検出手段の中から好適なものを選択して用いればよい。具体的には、振動子(例えは水晶)上に堆積した蒸着物質を、この振動子の固有振動の変化として検出する手法などが挙げられる。

【0038】蒸着速度検出手段により検出された蒸着速度の情報は、制御手段に与えられる。制御手段は、蒸着速度検出手段からの蒸着速度の情報をもとに、蒸着速度が一定となるように蒸発源を制御する。この場合、制御手段は蒸発源のヒータに与える電流や、電力を直接制御してもよいし、すでに温度制御システムが既存の設備ないし既製品等として存在する場合には、この温度制御システムに対して所定の温度となるように制御してもよい。

【0039】制御される好ましい範囲の蒸着レートとしては、蒸着される材料などにより異なるが、有機EL素子の有機材料などでは、通常、蒸発源の開口部の真上の基板高さに相当する位置で、0.05~0.6nm/sec、特に0.1~0.5nm/sec、さらには0.3~0.5nm/secの範囲である。なお、ホスト材料にドーピングとして混入する場合、通常、ホスト材料が上記範囲で、ゲスト材料はホスト材料の0.1~10%の範囲とすることが好ましい。

【0040】蒸着される蒸着物質としては、有機EL素子の構成材料であれば特に限定されるものではないが、蒸着時の蒸発源の温度、つまり蒸発温度ないし蒸着温度が800°C以下、特に500°C以下のものが好ましい。その下限は特に限定されるものではないが、通常、150°C程度である。このような蒸着材料として特に好ましいものは、後述の発光層等に用いられる有機材料である。このような有機材料は、比較的低温で蒸着され、しかも、僅かなドーピング量や混合量の変動により、素子

の特性を大きく左右するからである。従って、有機材料の多元蒸着のように正確な蒸着量の制御が必要な場合に本発明は特に有効である。

【0041】主制御手段は、蒸着速度検出手段から与えられる情報を解析したり、これに応じたヒータ制御が行えるものであればその構成態様は特に限定されるものではない。この制御手段は、通常、汎用のマイクロプロセッサ (MPU) と、このMPUと接続されている記憶媒体 (ROM, RAM等) 上の制御アルゴリズム等により構成することができる。制御手段は、CISC、RISC、DSP等プロセッサの態様を問わず使用可能であり、その他ASICや、あるいは一般のIC等による論理回路の組み合わせ等や、オペアンプ等を用いたアナログ演算回路により構成してもよい。

【0042】基板としては特に限定されるものではなく、有機EL素子が積層可能なものであればよいが、発光した光を取り出す側の場合、ガラスや石英、樹脂等の透明ないし半透明材料を用いる。また、基板に色フィルター膜や蛍光性物質を含む色変換膜、あるいは誘電体反射膜を用いて発光色をコントロールしてもよい。また、発光した光を取り出す側ではない場合には、基板は透明でも不透明であってもよく、不透明である場合にはセラミックス等を使用してもよい。

【0043】基板の大きさも特に限定されるものではないが、好ましくは最大長、特に対角長が200～700mm、特に400～700mmの範囲が好ましい。最大長は200mm以下であっても問題ないが、本発明により特に200mm以上の基板で均一な膜厚分布を得ることができ好ましい。また、基板の大きさが700mmを超えると成膜装置が大型化し、成膜効率が低下し、膜厚制御が困難になってくるが、本発明の装置により、半径位置の異なる複数の蒸発源の蒸発速度を精密に制御することにより膜厚制御も可能になる。つまり、複数の蒸着源を半径の異なる同心円上に配置し、これらの蒸着速度を正確に一定の値に制御することにより、大型基板での膜厚分布を改善することが可能となる。

【0044】次に、図を参照しつつ上記蒸発源を用いた有機EL素子の製造装置のより具体的な構成について説明する。

【0045】図3は、製造装置の第1の構成例を示す概略構成図である。図において、本発明の有機EL素子の製造装置は、基板1(図中一部省略して記載している)と、上記の蒸発源2と、蒸着速度検出手段5と、制御手段6と、この制御手段6により制御されるヒータ電源7とを有する。また、蒸発源2には、その外周部分に密着形成(装着)されたヒータ3を有し、さらに蒸発源2の温度を検出する温度センサー4を有する。蒸着速度検出手段5および温度センサー4は制御手段6へ接続され、それぞれ検出した蒸着速度、蒸発源2の温度のデータが、制御手段6により検知可能な状態になっている。また、

制御手段6は、温度制御手段6aを有し、前記温度センサー4により検出した温度データをもとに、蒸発源の温度が所定の値(設定温度)となるように、ヒータ電源7を制御する。この、ヒータ電源7は、ヒータ3と接続され、必要な発熱を得るための電流ないし電力を供給できるようになっている。

【0046】このような基本構成の装置において、図4に示すように、先ず蒸着開始と共に蒸発源の温度制御がなされる。すなわち、制御手段6は、温度制御手段6aにより所定の値(設定温度)となるまで蒸発源2を加熱させ、蒸発源の温度Tは図示例のように上昇する。

【0047】次いで、蒸発源の温度が所定の値で安定したA点に達すると、制御手段6は、制御形態を温度制御から蒸着速度の制御へと切り換える。このとき、制御手段6は、温度制御手段6aの制御から、所定の蒸着速度が得られるように直接、ヒータ電源7を制御する。これにより、蒸着速度Rはさらに上昇し、所定の蒸着速度が得られたところで安定する。このようにして、蒸着開始時には温度制御を行い、蒸着温度がある一定の値に達したところで蒸着速度を制御することにより、立ち上がり時間が速くなると共に、成膜速度のハンチング現象や、振動・変動が抑制され、安定した蒸着により、成膜された薄膜の膜質や膜厚を均一なものとすることができる。

【0048】なお、蒸発源と基板間には、蒸発源の真上と、基板の真下に、二重のシャッターを設け、蒸着源側のシャッターは、蒸着速度測定開始時に開き、基板側のシャッターは蒸着速度安定後の成膜開始時に開けるようにした。これにより、蒸着速度の制御が安定した状態で基板上に成膜を行うことができ、極めて高精度の成膜・制御ができる。

【0049】ここで、図4の温度制御Tにおける段階的な加熱は、ソーキングと称する脱水等を目的とした一種の予備加熱で、特に有機材料の蒸着の際に有効な手法である。このように、初期の加熱を温度制御とすることで、ソーキングを効果的に行うことができる。

【0050】ここで、温度制御手段6aは、上記制御手段6の一部(ハード、あるいはソフト)として動作するようにてもよいし、独立に存在するようにしてもよい。特に、従来の温度制御装置をそのまま使用するような場合には、制御手段6から分離して独立に存在するものとして制御するとよい。温度制御手段6aは、温度制御を行えるものであれば特に限定されるものではないが、例えば、PID (proportional integral derivative) 制御方式を応用した、ハードウェア(アナログ、デジタル回路)、あるいはこれを展開した制御アルゴリズム等を用いるとよい。

【0051】また、温度センサーは、公知の温度センサーの中から好適なものを適宜選択して使用すればよい。この場合、蒸着材料の蒸発温度で精度がよいものを用いるとよい。測定する温度範囲としては、蒸着材料により

異なるが、通常、20~800°C程度である。このような用途に用いることのできる温度センサーとしては、熱電対温度計、白金温度計、サーミスター等が使用できる。

【0052】図5は本発明の製造装置の第2の構成例を示した図で、この例では、温度制御により、一貫して蒸着速度を所定の値となるように制御している。このような温度制御による蒸着速度の制御を行うことで、図4のような制御で生じる可能性のある、成膜速度制御でのハンチング現象を防止することができる。すなわち、初期の加熱段階では、上記図4の場合と同様にして温度制御を行い、所定の温度にまで加熱する。このときにも必要により、図示例のようなソーキングを行うとよい。

【0053】次いで、制御手段6は加熱制御手段6aを介してさらに加熱を行うが、随時成膜速度を監視し、成膜速度が所定の値（設定値）となるように加熱制御手段6a（加熱温度の設定）を制御する。また、蒸発源と基板間には上記と同様な二重のシャッターを設け、同様な操作を行っている。このように、蒸発源2の温度が所定の温度に達した後も、温度制御を介して蒸着速度を制御することにより、さらに成膜速度立ち上げ時等のハンチング現象や、振動ないし変動をより少なくなるように抑制することができる。

【0054】なお、図5における制御方式において、所定の成膜速度に達した後に蒸着速度を一定に保つような温度制御を行うと、成膜速度を一定に保つことが困難な場合がある。このような制御の不安定性を防止するためには、例えば、図6に示すような制御方式が有効となる。

【0055】図6は本発明の製造装置の第3の構成例を示した図で、この例では図5の例のように、ある一定の蒸着速度に達するまでは蒸着速度Rを監視しながら温度制御を行い、その後図4の例のように、蒸着速度に応じて直接ヒータ電源7を制御する方式に切り換えて制御している。すなわち、制御手段6は蒸着速度Rが所定の値となるまでは、上記図4と同様にして温度制御を行う。そして、蒸着速度が所定の値（B）に達した後、これを維持する制御を行う際には、温度制御手段6aを介することなく、直接ヒータ電源7を制御し、ヒータ3に与えられる電流ないし電力を制御する。これにより、上記図4の制御方式により生じる可能性のある蒸着速度安定後の温度Tの上昇を抑えることができる。

【0056】本発明の装置を用いた制御方式について幾つか説明したが、これらは成膜材料や、装置の規模等により最適な制御方式を用いればよい。

【0057】以上のように、本発明の製造装置によれば、立ち上がりの速い加熱制御や、適切なソーキングを行うことができ、しかも安定した蒸着速度制御により、従来の蒸着法で得ることが困難であった均一な膜質や膜厚の蒸着薄膜を得ることができる。これは、特に有機

EL素子の発光層等、有機物質を蒸着して得られる機能性薄膜に有効である。また、2元ないし多元蒸着等による2種以上の有機物の混合量やドーピング量を正確に調整、維持することができ、量産課程においても発光特性の変動のない有機EL素子を得ることができる。

【0058】本発明の装置により成膜される有機EL素子の薄膜としては、ホール注入輸送層、発光層、電子注入輸送層等が挙げられるが、前述のように電極有機層間の膜物性を良好なものとする上でも本発明は有効である。従って、連続してホール注入電極や電子注入電極等の成膜に用いてもよい。

【0059】本発明により形成される有機層は、次のようなものである。

【0060】発光層には発光機能を有する化合物である蛍光性物質が用いられる。このような蛍光性物質としては、例えば、特開昭63-264692号公報に開示されているような化合物、例えばキナクリドン、ルブレン、スチリル系色素等の化合物から選択される少なくとも1種が挙げられる。また、トリス(8-キノリノラト)アルミニウム等の8-キノリノールないしその誘導体を配位子とする金属錯体色素などのキノリン誘導体、テトラフェニルブタジエン、アントラセン、ペリレン、コロネン、1,2-フタロペリノン誘導体等が挙げられる。さらには、特開平8-12600号公報（特願平6-110569号）に記載のフェニルアントラセン誘導体、特開平8-12969号公報（特願平6-114456号）に記載のテトラアリールエテン誘導体等を用いることができる。

【0061】このような蛍光物質はそれ自体で発光が可能なホスト物質と組み合わせ、ドーピングとして使用することができる。その場合、発光層における蛍光性物質の含有量は0.01~10wt%、さらには0.1~5wt%であることが好ましい。ホスト物質と組み合わせて使用することによって、ホスト物質の発光波長特性を変化させることができ、長波長に移行した発光が可能になるとともに、素子の発光効率や安定性が向上する。

【0062】ホスト物質としては、キノリノラト錯体が好ましく、さらには8-キノリノールないしその誘導体を配位子とするアルミニウム錯体が好ましい。このようなアルミニウム錯体としては、特開昭63-264692号、特開平3-255190号、特開平5-70733号、特開平5-258859号、特開平6-215874号等に開示されているものを挙げることができる。

【0063】具体的には、まず、トリス(8-キノリノラト)アルミニウム、ビス(8-キノリノラト)マグネシウム、ビス(ベンゾ(f)-8-キノリノラト)亜鉛、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウムオキシド、トリス(8-キノリノラト)インジウム、トリス(5-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム、8-キノリノラトリチウム、トリス(5-クロロ-

8-キノリノラト)ガリウム、ビス(5-クロロ-8-キノリノラト)カルシウム、5,7-ジクロル-8-キノリノラタルミニウム、トリス(5,7-ジプロモ-8-ヒドロキシキノリノラト)アルミニウム、ポリ[亜鉛(II)-ビス(8-ヒドロキシ-5-キノリニル)メタン]、等がある。

【0064】また、8-キノリノールないしその誘導体のほかに他の配位子を有するアルミニウム錯体であってもよく、このようなものとしては、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(フェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(オルト-クレゾラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(メタ-クレゾラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(パラ-クレゾラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(オルト-フェニルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(メタ-フェニルフェノラト)アルミニウム(II)I)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(パラ-フェニルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(2,3-ジメチルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(2,6-ジメチルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(3,4-ジメチルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(3,5-ジメチルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(3,5-ジ-tert-ブチルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(2,6-ジフェニルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(2,4,6-トリフェニルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(2,3,6-トリメチルフェノラト)アルミニウム(II)I)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(2,3,5,6-テトラメチルフェノラト)アルミニウム(II)I)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(1-ナフトラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(2-ナフトラト)アルミニウム(II)I)、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラト)(オルト-フェニルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラト)(パラ-フェニルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラト)(メタ-フェニルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラト)(3,5-ジメチルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラト)(3,5-ジ-tert-ブチルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-4-エチル-8-キノリノラト)(パラ-クレゾラト)アルミニ

ウム(III)、ビス(2-メチル-4-メトキシ-8-キノリノラト)(パラ-フェニルフェノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-5-シアノ-8-キノリノラト)(オルト-クレゾラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-6-トリフルオロメチル-8-キノリノラト)(2-ナフトラト)アルミニウム(III)等がある。

【0065】このほか、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)- μ -オキソ-ビス(2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)、ビス(4-エチル-2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)- μ -オキソ-ビス(4-エチル-2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-4-メトキシキノリノラト)アルミニウム(III)- μ -オキソ-ビス(2-メチル-4-メトキシキノリノラト)アルミニウム(III)、ビス(5-シアノ-2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)- μ -オキソ-ビス(5-シアノ-2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-5-トリフルオロメチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)- μ -オキソ-ビス(2-メチル-5-トリフルオロメチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)等であってもよい。

【0066】このほかのホスト物質としては、特開平8-12600号公報(特願平6-110569号)に記載のフェニルアントラセン誘導体や特開平8-12969号公報(特願平6-114456号)に記載のテトラアリールエテン誘導体なども好ましい。

【0067】発光層は電子注入輸送層を兼ねたものであってもよく、このような場合はトリス(8-キノリノラト)アルミニウム等を使用することが好ましい。

【0068】電子注入輸送性の化合物としては、キノリン誘導体、さらには8-キノリノールないしその誘導体を配位子とする金属錯体、特にトリス(8-キノリノラト)アルミニウム(A₁q₃)を用いることが好ましい。また、上記のフェニルアントラセン誘導体、テトラアリールエテン誘導体を用いるのも好ましい。

【0069】ホール注入輸送層用の化合物としては、強い蛍光を持ったアミン誘導体、例えばトリフェニルジアミン誘導体、スチリルアミン誘導体、芳香族縮合環を持つアミン誘導体を用いるのが好ましい。

【0070】電子注入電極としては、低仕事関数の物質が好ましく、例えば、K、Li、Na、Mg、La、Ce、Ca、Sr、Ba、Al、Ag、In、Sn、Zn、Zr等の金属元素単体、または安定性を向上させるためにそれらを含む2成分、3成分の合金系を用いることが好ましい。合金系としては、例えばAg·Mg(A

g : 0.1~50at%）、Al·Li（Li : 0.01~14at%）、In·Mg（Mg : 50~80at%）、Al·Ca（Ca : 0.01~20at%）等が好ましい。なお、電子注入電極は蒸着法やスパッタ法でも形成することが可能である。

【0071】電子注入電極薄膜の厚さは、電子注入を十分行える一定以上の厚さとすれば良く、0.1nm以上、好ましくは1nm以上とすればよい。また、その上限値には特に制限はないが、通常膜厚は1~500nm程度とすればよい。電子注入電極の上には、さらに保護電極を設けてもよい。

【0072】保護層としては、金属材料、 SiO_x 等の無機材料、テフロン等の有機材料等が挙げられる。

【0073】蒸着時の圧力は好ましくは $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-5}$ Torrで、蒸発源の加熱温度は、金属材料であれば100~1400°C、有機材料であれば100~500°C程度が好ましい。

【0074】本発明方法で製造される有機EL発光素子は、基板上にホール注入電極と、その上に電子注入電極を有し、これらの電極に挟まれて、それぞれ少なくとも1層のホール注入輸送層、発光層および電子注入輸送層を有し、さらに最上層として保護電極を有する。なお、ホール注入輸送層、電子注入輸送層、保護電極等は省略可能である。

【0075】ホール注入電極は、通常基板側から発光した光を取り出す構成であるため、透明ないし半透明な電極が好ましい。透明電極としては、ITO（錫ドープ酸化インジウム）、IZO（亜鉛ドープ酸化インジウム）、ZnO、 SnO_2 、 In_2O_3 等が挙げられるが、好ましくはITO（錫ドープ酸化インジウム）、IZO（亜鉛ドープ酸化インジウム）が好ましい。ITOは、通常 In_2O_3 と SnO_2 とを化学量論組成で含有するが、O量は多少これから偏倚していてもよい。

【0076】ホール注入電極は、発光波長帯域、通常350~800nm、特に各発光光に対する光透過率が50%以上、より好ましくは60%以上、さらに80%以上、特に90%以上であることが好ましい。通常、発光光はホール注入電極を通って取り出されるため、その透過率が低くなると、発光層からの発光自体が減衰され、発光素子として必要な輝度が得られなくなる傾向がある。ただし、一方のみから発光光を取り出すときには、取り出す側が上記以上であればよい。

【0077】ホール注入電極の厚さは、ホール注入を十分行える一定以上の厚さを有すれば良く、好ましくは50~500nm、さらには50~300nmの範囲が好ましい。また、その上限は特に制限はないが、あまり厚いと剥離などの心配が生じる。厚さが薄すぎると、製造時の膜強度やホール輸送能力、抵抗値の点で問題がある。

【0078】このホール注入電極層は蒸着法等によっても形成できるが、好ましくはスパッタ法により形成することが好ましい。

【0079】有機EL素子各層を成膜した後に、 SiO_x 等の無機材料、テフロン、塩素を含むフッ化炭素重合体等の有機材料等を用いた保護膜を形成してもよい。保護膜は透明でも不透明であってもよく、保護膜の厚さは50~1200nm程度とする。保護膜は、前記の反応性スパッタ法の他に、一般的なスパッタ法、蒸着法、PECVD法等により形成すればよい。

【0080】基板に色フィルター膜や蛍光性物質を含む色変換膜、あるいは誘電体反射膜を用いて発光色をコントロールしてもよい。

【0081】有機EL素子は、直流駆動やパルス駆動等され、交流駆動することもできる。印加電圧は、通常、2~30V程度である。

【0082】

【実施例】次に実施例を挙げ、本発明をより具体的に説明する。

＜実施例1＞蒸発源として、表1に示すような構造のK-セルを、PBNを用い、CVD法により形成した（サンプル1~3、比較サンプル1~4）。このとき、蒸発源本体に、熱分解グラファイトをCVD法によりスピラリル状に成膜してヒータとし、さらにその上にPBNをCVD法によりオーバコートして絶縁被覆としたものを用意した。ヒータの位置は、それぞれのサンプルにより、図1または図2に示すような形状とし、これにヒータを側部のみに形成したもの、底部あるいは突出部に形成したものなどを作製した。

【0083】得られた蒸発源サンプルの、n値、加熱部接触面積 Scm^2 、容量（材料投入容量） Vcm^3 、 V/S 、および最大成膜率（測定用サンプル材料：Al q_3 ）を求めた。結果を表1に示す。

【0084】また、得られたK-セル各サンプルを用い、昇華性材料であるAl q_3 を用い、投入量：成膜可能な量である材料利用効率を求めた。結果を表1に示す。

【0085】

【表1】

表 1

サンプル No.	材料 投入深さ (mm)	内径 (mm)	開口部 面積 (cm ²)	n値	加熱部 接触面積 S:(cm ²)	容量 V (cm ³)	V/S	蒸発 速度 (μg/sec)	底部ヒータ 面積 (cm ²)	突出部 ヒータ外径 (mm)	材料 利用効率 (%)
1	10	60	28.3	3	47.1	28.3	0.6	300	28.3	—	90
2	10	40	9.4	4	28.3	9.4	0.38	200	9.4	20	95
3	50	40	9.4	4	103.7	47.1	0.45	200	9.4	20	95
比較1	10	20	3.1	5	6.3	3.1*	0.48	100*	—	—	80*
比較2	60	20	3.1	5	34.6	15.7	0.45	100*	—	—	90
比較3	10	60	28.3	3	18.8	28.3	1.50*	150	—	—	50*
比較4	50	60	28.3	3	122.5	141.4	1.15*	150	28.3	—	60*

*) は範囲外を表す

【0086】表1から明らかなように、本発明サンプルは、成膜レート、材料利用効率等に優れ、有機EL材料の成膜に有用であることがわかる。

【0087】<実施例2>上記実施例1の蒸発源を上記成膜装置の構成例1と組み合わせて有機EL素子の製造装置とした。この装置を用いて、発光層に使用する材料としてA1q₃にクマリンをドープした層を基板上に成膜し、ドープ量の変動を測定した。測定の方法として、蒸発源に蒸着材料がフルに投入されている状態から、蒸着が安定して行える限界量にまで減少するまで複数回成膜し、成膜レートの変化から、A1q₃：クマリンの体積比を求め、これからクマリンドープ量の変動率を求めた。なお、クマリンのドープ量は1体積%となるように制御した。

【0088】その結果、比較サンプルの蒸発源を用いたものでは、変動率±10%であったのに対し、本発明サンプルの蒸発源を用いたものは、変動率±5%と極めて優れた値が得られた。

【0089】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、材料投入量の多い蒸発源を用いて、長時間安定に蒸着することが可能で、成膜された薄膜の厚みや組成を均一に調整、保持することが可能で、しかも比較的低い温度の蒸着にも対応可能で、比較的大きな面積の基板にも対応可能な有機EL素子の製造装置および製造方法を実現できる。

【0090】また、多元蒸着時の混合比やドーピング量を高精度に制御可能な有機EL素子の製造装置および製造方法を実現できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の蒸発源の第1の構成例を示す平面図

(A)、および断面図 (B) である。

【図2】本発明の蒸発源の第2の構成例を示す平面図

(A)、および断面図 (B) である。

【図3】本発明の装置の基板と蒸発源との関係を示した半裁断面図である。

【図4】本発明の装置の第1の構成例での蒸着源の温度制御と蒸着速度制御の関係を示したグラフである。

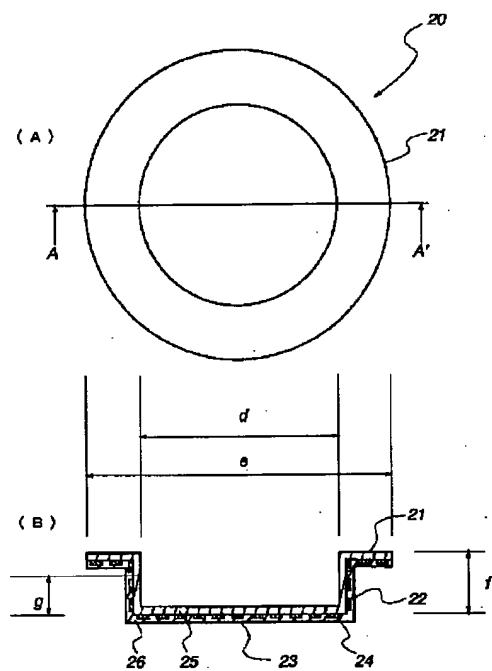
【図5】本発明の装置の第2の構成例での蒸着源の温度制御と蒸着速度制御の関係を示したグラフである。

【図6】本発明の装置の第3の構成例での蒸着源の温度制御と蒸着速度制御の関係を示したグラフである。

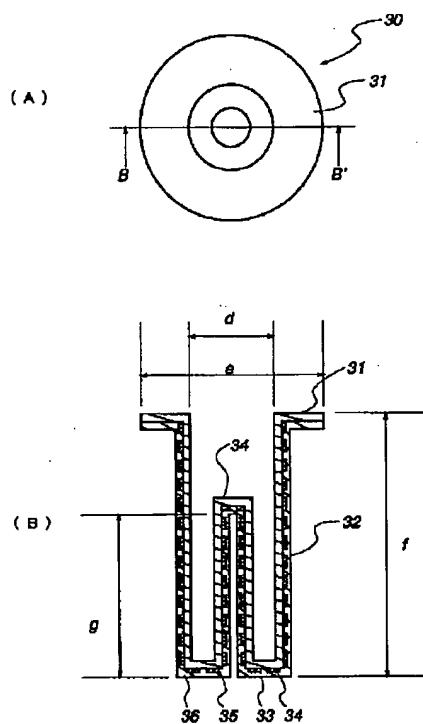
【符号の説明】

- 1 基板
- 2 蒸発源
- 3 ヒータ
- 4 温度センサー
- 5 蒸着速度検出手段
- 6 制御手段
- 6 a 温度制御手段
- 7 ヒータ電源

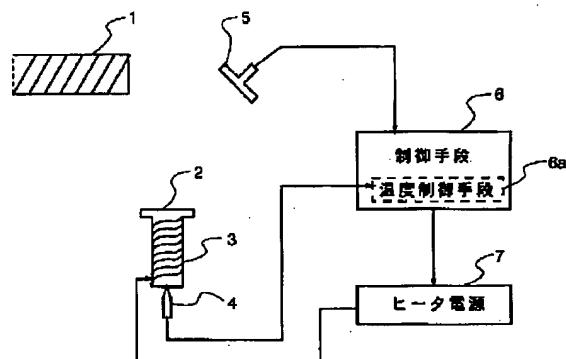
【図1】



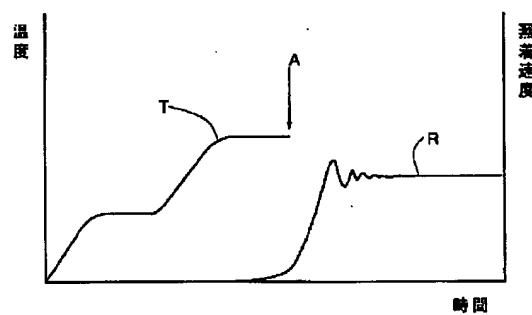
【図2】



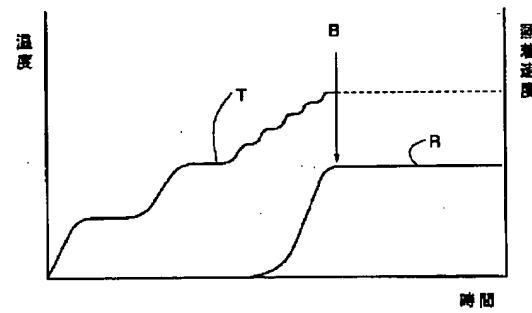
【図3】



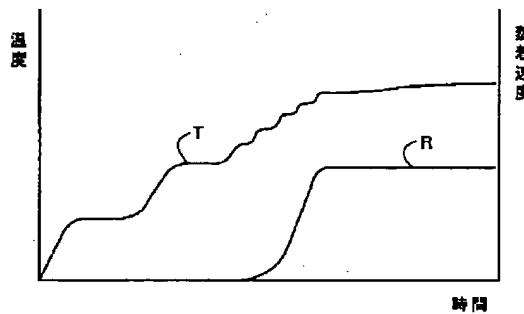
【図4】



【図6】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 福湯 兼吾
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ
一ディーケイ株式会社内
(72)発明者 堀田 哲広
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ
一ディーケイ株式会社内

(72)発明者 小石 昌章
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ
一ディーケイ株式会社内
(72)発明者 佐々木 亨
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ
一ディーケイ株式会社内
F ターム(参考) 3K007 AB00 AB18 BB00 BB06 CA01
CA02 CA05 CB01 DA00 DB03
EB00 FA01